

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้จะเป็นการกล่าวถึงการเก็บตัวอย่าง การเตรียมอุปกรณ์และสารเคมี และการวิเคราะห์ตามลำดับดังนี้

#### 3.1 การเก็บน้ำตัวอย่าง

ก่อนการเก็บตัวอย่างต้องทำการวัดอุณหภูมิ จากนั้นทำการเก็บตัวอย่างในแต่ละจุดที่กำหนดดังแสดงในภาคผนวก ข โดยทำการเก็บน้ำผิวดินที่ความลึกประมาณ 30 เซนติเมตร แล้วนำตัวอย่างที่เก็บได้ปรับ pH ของน้ำให้มีค่าประมาณ 2 ด้วยกรด  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น 5 มิลลิลิตร นำน้ำตัวอย่างไปแช่ที่อุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

#### 3.2 อุปกรณ์และสารเคมีในการวิเคราะห์

##### อุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง

- ขวดเก็บน้ำตัวอย่าง ทำจากโพลีเอททิลีน ขนาด 500 มิลลิลิตร
- pH meter
- water sampler
- บีเปต ขนาด 5 มิลลิลิตร

##### อุปกรณ์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

- เครื่อง Inductively Coupled Plasma Emission Spectrophotometer (ICP) SHIMADSU Model 1000
- บีกเกอร์
- กระจกตวง
- แท่งแก้วคนสาร
- ขวดวัดปริมาตร
- บีเปต
- กรวยแยก
- ขาดั่ง
- เครื่องชั่งละเอียด
- Hot plate

## สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก

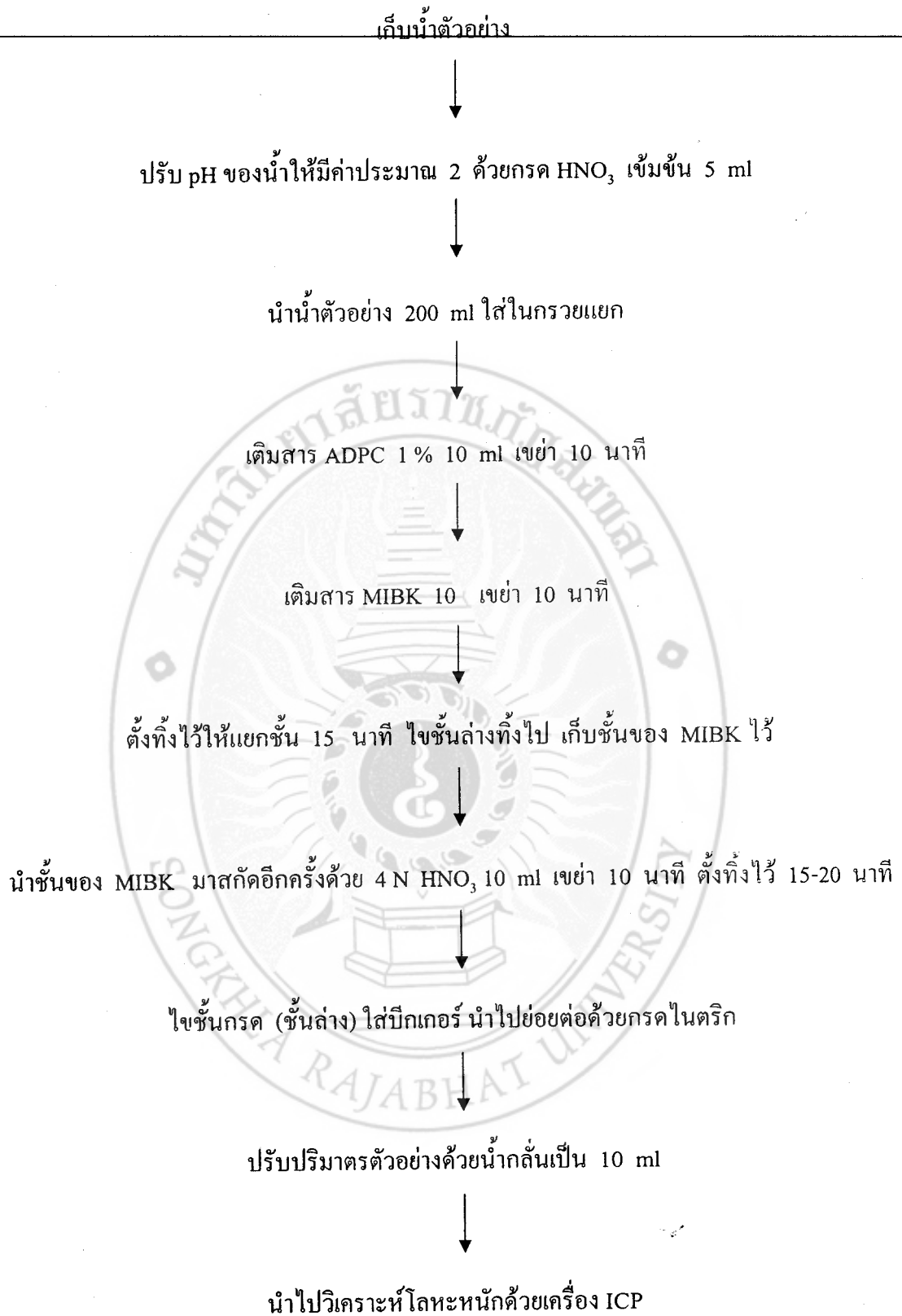
- กรดไนตริกเข้มข้น
- กรดไนตริกเข้มข้น 1+1
- Methyl Isobutyl Ketone (MIBK)
- Ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC)
- Deionize water
- สารละลายมาตรฐาน แคดเมียม ตะกั่ว และทองแดง

### การเตรียมสารละลาย APDC 1%

ชั่งสาร APDC จำนวน 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร นำไปใส่กรวยแยกเติมสารละลาย MIBK 10 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน 5 นาที แล้วเติมสารละลาย MIBK ลงไปอีก 10 มิลลิลิตร เขย่า 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วไขส่วนของสารละลาย APDC (ส่วนล่าง) ใส่ขวดเก็บไว้ในตู้เย็น

### 3.3 วิธีการวิเคราะห์น้ำตัวอย่าง

1. นำน้ำตัวอย่าง 200 มิลลิลิตรใส่ในกรวยแยก
2. เติมสารละลาย APDC 1% 10 มิลลิลิตร เขย่า 10-20 นาที
3. เติมสาร MIBK 10 มิลลิลิตร เขย่า 10 นาที ไขชั้นล่างทิ้งไป นำชั้นของ MIBK เก็บไว้
4. นำชั้นของ MIBK มาสกัดอีกครั้งด้วย 4 N HNO<sub>3</sub> 10 มิลลิลิตร เขย่า 10 นาที ทิ้งไว้ 15-20 นาที
5. ไขชั้นกรด (ชั้นล่าง) ใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วนำตัวอย่างที่กรองได้มาย่อยต่อบน Hot plate จนเกือบแห้งหยดกรดไนตริกเข้มข้น 1+1 จำนวน 3 หยด แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปเล็กน้อยจนตัวอย่างเกือบแห้งอีกครั้ง เติมกรดไนตริกลงไปอีก 3 หยด เพื่อให้กรดดังกล่าวไล่สารรบกวนที่มีอยู่ในตัวอย่างออกให้หมด เติมน้ำกลั่นอีกครั้งแล้วรอจนเกือบแห้งเพื่อให้การย่อยเสร็จสมบูรณ์
6. นำตัวอย่างที่ได้ใส่ขวดแล้วปรับปริมาตรเป็น 10 มิลลิลิตร นำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP ดังแสดงในแผนภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเก็บ เตรียม และการวิเคราะห์โลหะหนักในน้ำ

### 3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP

ในการวิเคราะห์โลหะหนัก ตะกั่ว ทองแดง และแคดเมียม โดยใช้เครื่อง ICP สามารถทำการวิเคราะห์ได้ดังนี้

1. เตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารละลายที่เหมาะสมและพร้อมที่จะใช้กับเครื่อง ICP
2. เริ่มต้นการวิเคราะห์ด้วยการวิเคราะห์ calibration blank ก่อนซึ่งจะเป็นการตรวจสอบสารละลาย และการตรวจของสารปนเปื้อน
3. นำน้ำตัวอย่างที่จุดต่างๆ จุดเข้าเครื่อง ICP โดยตรง แล้วทำการวัดหาปริมาณของ Pb, Cu และ Cd ณ ความยาวคลื่นที่ตรงกับสารละลายมาตรฐานที่กำหนดไว้ บันทึกผลความเข้มของสัญญาณที่ได้ จากนั้นทำการเปรียบเทียบค่าความเข้มชั้นของโลหะหนักที่ทำการวิเคราะห์กับกราฟสารละลายมาตรฐานของธาตุนั้น ซึ่งจะทำการบันทึกข้อมูล และเปรียบเทียบกับกราฟของสารละลายมาตรฐานแล้วรายงานผลการวิเคราะห์ออกมาเป็นปริมาณของธาตุนั้นๆ หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

